

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Polyoxyalkylene-alkyl-ether fatty acid ester prodn. - by reacting fatty acid alkyl ester with alkylene oxide in presence of mixed metal oxide catalyst modified with metal hydroxide or alkoxide

Patent Number : DE4446064

International patents classification : C07C-067/02 C07C-069/22 B01J-021/10 B01J-023/02 B01J-023/04 B01J-023/08 B01J-023/10 B01J-031/26 B01J-037/02 C01G-001/02 C07C-067/26 C07C-067/28 C07C-069/533 C08G-065/26 C07B-061/00

• Abstract :

DE4446064 A The prodn. of polyoxyalkylene-alkyl-ether fatty acid esters of formula $R_1(O)C(OR_2)_nOR_3$ (I) (R_1, R_3 = alkyl or alkenyl; R_2 = alkylene; and n = a positive number), comprises reacting a fatty acid alkyl ester (II) with an alkylene oxide (AO) in the presence of a mixed metal oxide catalyst (III) which is surface-modified with a metal hydroxide or alkoxide (IV). Also claimed is the above modified catalyst.

USE - Used as non-ionic wetting agents, emulsifiers, dispersants or oil phase levellers in detergents, cosmetics and various industrial applications.
ADVANTAGE - Enables the prodn. of (I) with a narrow distribution of AO adducts and a low content of unreacted ester (II) (low odour) (contrast prior-art processes which also give coloured prods.). (Dwg.0/6)

• Publication data :

Patent Family : DE4446064 A1 19950629 DW1995-31 C07C-069/22 12p * AP: 1994DE-4446064 19941222
JP09118648 A 19970506 DW1997-28 C07C-069/22 7p # AP:
1994JP-0334782 19941219; 1996JP-0282945 19941219
JP08169860 A 19960702 DW1996-36 C07C-069/22 6p AP:
1994JP-0334781 19941219
JP08169861 A 19960702 DW1996-36 C07C-069/22 6p AP:
1994JP-0334782 19941219
DE4446064 C2 19990729 DW1999-34 C07C-069/22 AP:
1994DE-4446064 19941222
JP2940852 B2 19990825 DW1999-40 C07C-069/22 6p FD:
Previous Publ. JP8169861 AP: 1994JP-0334782 19941219

US5817844 A 19981006 DW1998-47 C07C-067/02 #

AP: 1996US-0629068 19960408

Priority n° : 1994JP-0277016 19941017; 1993JP-0347630
19931224; 1996JP-0282945 19941219; 1996US-0629068
19960408

Covered countries : 3
Publications count : 7

• Patentee & Inventor(s) :

Patent assignee : (LION) LION CORP

Inventor(s) : HAMA I; NAKAMURA H; OKAMOTO T;
SASAMOTO H

• Accession codes :

Accession N° : 1995-232971 [31]
Sec. Acc. n° CPI : C1995-107509

• Derwent codes :

Manual code : CPI: A05-H01 A10-E07
A12-W12C D08-B D08-B13 D11-B E10-
G02C N01-A N01-B N01-C N03 N05-A
Derwent Classes : A25 D21 D25 E17

• Update codes :

Basic update code : 1995-31
Equiv. update code : 1996-36; 1997-28;
1998-47; 1999-34; 1999-40

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 44 46 064 A 1

⑪ Aktenzeichen: P 44 46 064.3
⑫ Anmeldetag: 22. 12. 94
⑬ Offenlegungstag: 29. 6. 95

⑤ Int. Cl. 6:
C 07 C 69/22
C 08 G 65/26
C 07 C 67/28
C 07 C 69/533
B 01 J 21/10
B 01 J 31/26
B 01 J 23/08
C 01 G 1/02
// B01F 17/42, B01J
21/04, 21/06, 23/75,
23/10, 23/34

DE 44 46 064 A 1

③ Unionspriorität: ③② ③③ ③①
24.12.93 JP 5-347630 17.10.94 JP 6-277016

⑦ Anmelder:
Lion Corp., Tokio/Tokyo, JP

⑦ Vertreter:
Mitscherlich, H., Dipl.-Ing.; Körber, W., Dipl.-Ing.
Dr.rer.nat.; Schmidt-Evers, J., Dipl.-Ing.; Melzer, W.,
Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 80331 München

⑦ Erfinder:
Hama, Ituo, Tokio/Tokyo, JP; Okamoto, Takahiro,
Tokio/Tokyo, JP; Sasamoto, Hisashi, Tokio/Tokyo,
JP; Nakamura, Hirofumi, Tokio/Tokyo, JP

Abgabe NRE

*Schutzrecht zur Herstellung
von FMEO für Lion
auf Basis von modifiz.
Calc. Hydroxylat P*

FB2 ✓

⑥ Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters sowie ein
Mischmetalloxid-Katalysator zu deren Herstellung

⑦ Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters, worin ein Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester, dargestellt durch die folgende Formel (I) durch eine Reaktion zwischen einem Fettsäurealkylester und einem Alkylenoxid in der Gegenwart eines Mischmetalloxid-Katalysators, dessen Oberfläche mit einem Metallhydroxid oder einem Metallalkoxid modifiziert ist, hergestellt wird:



worin jeweils R_1 und R_3 unabhängig voneinander einen Alkylrest oder einen Alkenylrest bedeuten, R_2 einen Alkylenrest bedeutet und n eine positive Zahl ist.

*Ø K. Hill
A. Behar*

Ka 26.02.95

*Ansga: Sind die Produkte besser
reduzierbar?*

WU Bruchmann

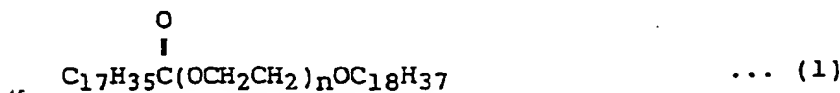
DE 44 46 064 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters mit einem Alkylenoxid in extrem geringer Molverteilung, durch direkte Umsetzung eines Fettsäurealkyl-

5 Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester sind als nichtionische Benetzungsmittel vom Ester-Typ bekannt. Von diesen wird Stearinsäurepolyoxyethylenstearylether, dargestellt durch nachstehende Formel (1), als ein Emulgator, ein Dispergiermittel oder eines Ölphasen-Abgleichers in der Kosmetik und in verschiedenen Industrie-

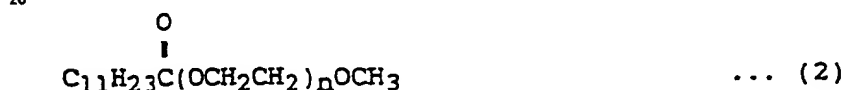
10



15

Polyoxyethylenmethylether-Laurat dargestellt durch nachstehende Formel (2), wurde für den möglichen Gebrauch als ein Netzmittel untersucht (JAOCS, 56, 873 (1979)).

20



25

Anwendung der Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester als Waschmittel (Jpn. Pat. Appln. Nr. 3-229548, 3-321106), Mittel zur Entfernung von Tinte bei der Verwendung in Papierwiederaufbereitungs-Verfahren (Jpn. Pat. Appln. Nr. 4-209010) oder anderem wurde ebenfalls erwartet.

Ein Polyoxyethylenalkylether und ein Polyoxyethylenfettsäureester, wobei jeder als ein typisches nichtionisches Netzmittel vom Ethylenoxidaddukt-Typ verwendet wird, kann unter Verwendung eines Alkohols oder einer Fettsäure als Ausgangsmaterial und direkter -Additionspolymerisation von Ethylenoxid und des Ausgangsmaterials in Gegenwart eines basischen oder sauren Katalysators erhalten werden.

Im Falle der Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters schreitet die Additionspolymerisationsreaktion eines Alkylenoxids jedoch nicht fort, sogar wenn ein Fettsäurealkylester mit einem Alkylenoxid in

35 Gegenwart eines basischen oder sauren Katalysators umgesetzt wird. Über die Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenether-Fettsäureesters durch eine einstufige Reaktion zwischen einem Fettsäurealkylester und einem Alkylenoxid wird in den nachstehenden Veröffentlichungen berichtet:

- 40 1) JP-Kokai-52-36431: Polyoxyalkylenalkylether-Essigsäureester wird aus einem Alkylacetat und einem Alkylenoxid unter Verwendung einer gebrannten Hydrotalkit-Verbindung als Katalysator hergestellt.
- 2) JP-Kokoku-53-24930: ein Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester wird durch Umsetzung zwischen einem Alkylenoxid und einem organischen Carboxylat unter Verwendung eines Katalysators, bestehend aus einem Zink-, Aluminiumhalogenid oder dergleichen oder bestehend aus einer organometallischen Verbindung, die Zink oder Aluminium enthält, oder unter Verwendung eines alternativen Katalysators, der aus einer Kombination der vorstehend erwähnten Katalysatoren und einer Amin-Verbindung oder dergleichen besteht, hergestellt.
- 45 3) JP-Kokai-54-1038125: Polyoxyethylenethylether-Essigsäureester wird durch Umsetzung zwischen Ethylacetat und einer überschüssigen Menge an Ethylenglycolmonoethylether in Gegenwart eines stark sauren Kationenaustauscherharzes hergestellt.
- 50 4) JP-Kokai-4-279552: ein Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester wird durch eine Reaktion zwischen einem Fettsäurealkylester und einem Alkylenoxid unter Verwendung von einem metallion-versetzten (Aluminium etc.) Magnesiumoxid als Katalysator hergestellt.
- 55 5) JP-Kokai-4-505449: ein Fettsäureester wird unter Verwendung eines gebrannten Hydrotalkits als Katalysator ethoxyliert oder propoxyliert.

Wie vorstehend erwähnt ist bekannt, daß, wenn ein Fettsäurealkylester mit einem Alkylenoxid in Gegenwart eines Mischmetalloxid-Katalysators, wie einem Metallion (Aluminium etc.)-versetztem Magnesiumoxid oder gebranntem Hydrotalkit umgesetzt wird, das Alkylenoxid so zum Fettsäurealkylester gegeben wird, daß das

60 Alkylenoxid in die Esterbindung eintritt, was zu einem Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester führt. Die vorstehend erwähnten Verfahren sind jedoch aus industrieller Sicht wegen drei Nachteilen nicht vollständig befriedigend. Erstens ist die Alkylenoxid-Adduktverteilung in einem Produkt groß. Zweitens verbleibt ein nicht umgesetzter Fettsäurealkylester in großen Mengen. Drittens ist das Produkt farbig.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenether-Fettsäureesters bereitzustellen, welches die Herstellung eines Produkts mit einer niedrigen Alkylenoxid-Adduktverteilung und die Menge eines nicht umgesetzten Fettsäurealkylesters zu verringern erlaubt.

Ein weiterer Zweck der vorliegenden Erfindung ist es einen Mischmetalloxid-Katalysator bereitzustellen, der zur Verwendung in einem Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters geeignet

ist, welches die Herstellung eines Produkts mit einer geringen Alkylenoxid-Adduktverteilung und die Menge eines verbleibenden, nicht umgesetzten Fettsäurealkylesters zu verringern erlaubt.

Gemäß der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters bereitgestellt, umfassend die Umsetzung eines Fettsäurealkylesters mit einem Alkyloxid in Gegenwart eines Mischmetalloxid-Katalysators, dessen Oberfläche durch ein Metallhydrid oder ein Metallalkoxid modifiziert ist, wobei die Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäurealkylesters durch die nachstehende Formel (I) dargestellt wird:



worin jeweils R_1 und R_3 unabhängig voneinander einen Alkylrest oder einen Alkylenylrest bedeuten, R_2 einen Alkylenylrest bedeutet und n eine positive Zahl ist.

Weiter wird gemäß der vorliegenden Erfindung ein Mischmetalloxid-Katalysator bereitgestellt, dessen Oberfläche durch ein Metallhydroxid oder ein Metallalkoxid modifiziert ist und der bei der Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters, dargestellt durch nachstehende Formel (I), durch die Umsetzung zwischen einem Fettsäurealkylester und einem Alkylenoxid, verwendet wird.



worin jeweils R_1 und R_3 unabhängig voneinander einen Alkylrest oder einen Alkylenylrest bedeuten, R_2 einen Alkylenrest bedeutet und n eine positive Zahl ist.

Die Erfindung wird anhand der Zeichnungen näher erläutert. Es zeigt

Fig. 1 eine Ethylenoxid-Adduktverteilung eines Polyoxyethylenalkylether-Fettsäureesters in Beispiel 1;

Fig. 2 eine Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenalkylether-Fettsäureestern in Beispiel 2 und Vergleichsbeispiel 1;

Fig. 3 eine Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenalkylether-Fettsäureestern in Beispiel 3 und Vergleichsbeispiel 2;

Fig. 4 eine Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenalkylether-Fettsäureester in Beispiel 6;

Fig. 5 eine Ethylenoxid-Adduktverteilung eines Polyoxyethylenalkylether-Fettsäureesters in Beispiel 7; und

Fig. 6 eine Ethylenoxid-Adduktverteilung eines Polyoxyethylenalkylether-Fettsäureesters in Beispiel 8.

Die vorliegenden Erfinder führten ausführliche Studien durch, um die Aufgabe der vorliegenden Erfindung zu erfüllen. Als ein Ergebnis fanden sie, daß aktive saure Punkte, welche dicht auf der Oberfläche des vorstehend erwähnten Mischmetalloxid-Katalysators vorhanden sind, dazu beitragen die Alkylenoxid-Adduktverteilung des Produkts zu vergrößern. Ferner fanden sie, daß der Mischmetalloxid-Katalysator modifiziert werden kann, wenn die aktiven sauren Punkte, welche dicht auf der Oberfläche des vorstehend erwähnten Mischmetalloxid-Katalysators vorhanden sind, teilweise durch ein Metallhydroxid oder ein Metallalkoxid selektiv vergiftet werden. Basierend auf den vorstehenden Ergebnissen vollendeten sie die vorliegende Erfindung.

Genauer umfaßt das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters einen Schritt der Umsetzung eines Fettsäurealkylesters mit einem Alkylenoxid in Gegenwart eines Mischmetalloxid-Katalysators, dessen Oberfläche durch ein Metallhydroxid oder Metallalkoxid modifiziert ist. Aufgrund dieses Verfahrens ist es möglich einen Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester, dargestellt durch eine folgende Formel (I), mit einer kleinen Alkylenoxid-Adduktverteilung, begleitet von einer kleinen Menge an verbleibenden nicht umgesetzten Fettsäureester zu erhalten.



worin jeweils R_1 und R_3 unabhängig voneinander einen Alkylrest oder einen Alkenylrest bedeuten, R_2 einen Alkylenrest bedeutet und n eine positive Zahl ist.

Im Fettsäurealkylester (R_1COOR_3), der als Ausgangsverbindung in der vorliegenden Erfindung verwendet wird, hat R_1 vorzugsweise 3 bis 40 Kohlenstoffatome und stärker bevorzugt 6 bis 22. R_3 hat vorzugsweise 1 bis 30 Kohlenstoffatome und besonders bevorzugt 1 bis 4.

Der in der Erfindung definierte Alkylrest schließt ebenfalls einen Rest ein, der eine Doppelbindung in dessen Kohlenstoffkette hat (z. Bp. Alkenylrest).

Es wird bevorzugt, daß das Alkylenoxid, das mit einem Fettsäurealkylester additionspolymerisiert wird, 2 bis 8 Kohlenstoffatome hat (die Kohlenstoffatomanzahl von R_2 ist 2 bis 8), und es wird stärker bevorzugt, daß Ethylenoxid oder Propylenoxid mit 2 bis 3 Kohlenstoffatomen verwendet wird.

Der Fettsäurealkylester und das Alkylenoxid können der Reaktion einzeln oder in Form eines Gemisches aus zwei oder mehr Komponenten ausgesetzt werden.

Die in der vorliegenden Erfindung verwendeten Mischmetalloxid-Katalysatoren schließen ein: ein Magnesiumoxid versetzt mit mindestens einem Metallion aus der Gruppe Al (Aluminium), Ga (Gallium), Zr (Zirkon), In (Indium), Tl (Thalium), Co (Kobalt), Sc (Scandium), La (Lanthan) und Mn (Mangan); ein gebranntes Hydrotalkit, das in ein Aluminium-Magnesium-Serien Mischmetalloxid umgewandelt werden kann; und ein gebranntes Aluminium-Magnesium-Hydroxid (ein Copräzipitat von Aluminiumhydroxid und Magnesiumhydroxid).

Die zum Metallion gegebene Menge an Magnesiumoxid ist vorzugsweise 0,1 bis 30 Gew.-%, bezogen auf die Mischmetalloxid-Menge.

Wenn das gebrannte Aluminiummagnesiumhydroxid speziell als Mischmetalloxid verwendet wird, kann eine große katalytische Oberfläche erhalten werden. Demzufolge ist, wenn ein Alkylenoxid mit einem Fettsäurealkylester additionspolymerisiert wird, die katalytische Aktivität des gebrannten Aluminiummagnesiumhydroxids höher als die anderer Mischmetalloxide.

Verwendung von Aluminiummagnesiumhydroxid als Mischmetalloxid ist aus industrieller Sicht vorteilhaft, weil Aluminiummagnesiumhydroxid es möglich macht, die Additionspolymerisation-Reaktion wirksam in einer vorher bestimmten Weise zu fördern und den Katalysator leicht vom Reaktionsprodukt nach Beendigung der Reaktion zu trennen.

Ein Verfahren zur Herstellung des metallion-versetzten Magnesiumoxids ist in JP-Kokai-1-164437 offenbart. Es ist wünschenswert, daß die Metallion-versetzten Magnesiumoxid-Teilchen durch Fällung des zuzugebenden Metallions aus einer wäßrigen, das Metallion enthaltenden Lösung durch die folgenden Verfahren hergestellt werden:

1) Tauch-Verfahren: MgO-Teilchen werden zu einer wäßrigen, das zuzugebende Metallion enthaltenden Lösung, wie einer wäßrigen Aluminiumnitrat-Lösung, gegeben, gut gemischt, zur Trockene eingedampft, pulverisiert und gebrannt, was die katalytischen Teilchen ergibt.

2) Copräzipitations-Verfahren: eine wäßrige Magnesiumsalz-Lösung, wie eine wäßrige Magnesiumnitrat-Lösung, wird mit einer wäßrigen, das zuzugebende Metallion enthaltenden Lösung, wie eine Aluminiumnitrat-Lösung, gemischt, und ein Fällungsmittel, wie Ammoniak zugegeben, wobei Magnesium und das zuzugebende Metallion als Hydroxide in der wäßrigen Lösung copräzipitieren. Diese Hydroxide werden filtriert, gewaschen, getrocknet, pulverisiert und gebrannt, um die katalytischen Teilchen herzustellen.

3) Ablagerungs-Verfahren: eine wäßrige, das zum den Magnesium-Teilchen zuzugebende Metallion enthaltende Lösung wird zu einer Dispersion, in welcher Magnesiumoxid-Teilchen dispergiert sind, gegeben, und ein Hydroxid des zuzugebenden Metalloxyds wird präzipitiert und auf der Oberfläche der Magnesiumoxid-Teilchen abgelagert, gefolgt von Filtrieren, Trocknen und Brennen.

Wenn ein Katalysator durch das Präzipitations-Verfahren, wie der Copräzipitation oder des Ablagerungs-Verfahrens hergestellt wird, können unerwünschte Anionen, die nach der Beendigung der Fällungs-Behandlung im erhaltenen Katalysator-Schlamm vorhanden sind, durch ein Ionenaustauscherharz entfernt werden, so daß ein der Filtration folgender Waschschriff umgangen oder vereinfacht werden kann.

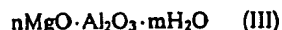
Ein Hydrotalkit wird durch die folgende Formel (II) dargestellt. Ein natürliches Hydrotalkit und ein synthetisches Hydrotalkit können verwendet werden. Ein gebranntes Hydrotalkit wie ein Al-Mg-System-Mischmetalloxid kann durch Brennen eines Hydrotalkits erhalten werden.



worin x, y, m und n jeweils eine positive Zahl sind.

Die Brenntemperatur ist vorzugsweise 400 bis 800°C, und stärker bevorzugt 450 bis 700°C.

Ein Aluminiummagnesiumhydroxid wird durch die folgende Formel (III) dargestellt und durch Brennen in ein Al-Mg-Serien-Mischmetalloxid umgewandelt.



worin n und m jeweils eine ganze Zahl und n vorzugsweise 2,5 ist.

Die Brenntemperatur des Aluminiummagnesiumhydroxids ist vorzugsweise 400 bis 950°C, stärker bevorzugt 400 bis 700°C.

Im Verfahren der vorliegenden Erfindung wird ein modifizierter Mischmetalloxid-Katalysator durch Veränderung der Oberfläche des Mischmetalloxids mit einem Metallhydroxid oder einem Metallalkoxid erhalten und anschließend der Reaktion zum Erhalten des Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester unterworfen.

Ein bevorzugtes Metallhydroxid ist ein Hydroxid eines Alkalimetalls oder eines Erdalkalimetalls, und ein stärker bevorzugtes Metallhydroxid ist Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid.

Ein bevorzugtes Metallalkoxid ist ein Alkoxid eines Alkalimetalls oder eines Erdalkalimetalls, und ein stärker bevorzugtes Metallalkoxid ist Natriumalkoxid oder Kaliumalkoxid.

Der modifizierte Mischmetalloxid-Katalysator wird durch Veränderung eines Mischmetalloxids, wie ein Metallion-versetztes Magnesiumoxid, eines gebrannten Hydrotalkits oder eines gebrannten Aluminiummagnesiumhydroxid, mit einem Hydroxid eines Alkalimetalls oder eines Erdalkalimetalls oder einem Alkoxid eines Alkalimetalls oder eines Erdalkalimetalls hergestellt und dann der Reaktion als Katalysator zugegeben. Alternativ dazu wird der modifizierte Mischmetalloxid-Katalysator in einem Reaktionsgefäß zur Alkoxylierung hergestellt, wobei schrittweise ein Mischmetalloxid und ein Metallhydroxid oder ein Metallalkoxid zum Fettsäurealkylester,

der als Ausgangsverbindung zur Herstellung des Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters verwendet wird, zugegeben wird, dieses gemischt wird, und das Mischmetalloxid im Fettsäurealkylester verändert wird, und der so modifizierte Mischmetalloxid-Katalysator mit dem Alkylenoxid umgesetzt wird.

Das erstere Verfahren zur Veränderung des Mischmetalloxids ist nicht speziell begrenzt und es wird bevorzugt, daß das Mischmetalloxid getrocknet und gebrannt wird, nachdem es mit einer wäßrigen oder einer alkoholischen Lösung eines Metallhydroxids oder eines Metallalkoxids besprüht wurde.

Im letzteren Verfahren ist die Reihenfolge der Zugabe eines Mischmetalloxids und eines Metallhydroxids oder eines Metallalkoxids zum anfänglichen Fettsäurealkylester nicht speziell vorgeschrieben. In diesem Fall wird es bevorzugt, daß das Metallhydroxid oder das Metallalkoxid in einem Niederalkohol gelöst wird und dann zum Fettsäurealkylester gegeben wird, weil saure Punkte auf der Katalysatoroberfläche einheitlicher und selektiver teilweise vergiftet werden können.

Das Metallhydroxid oder das Metallalkoxid zur Verwendung bei der Veränderung des Mischmetalloxids wird vorzugsweise in einer Menge von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf die Menge des Mischmetalloxids, verwendet.

Die Reaktion der vorliegenden Erfindung kann leicht gemäß eines üblichen Betriebsablaufs unter normalen Reaktionsbedingungen durchgeführt werden. Die verwendete Raumtemperatur ist vorzugsweise 80 bis 230°C und stärker bevorzugt 120 bis 180°C. Der verwendete Reaktionsdruck ist vorzugsweise 20 atm oder weniger und stärker bevorzugt 2 bis 8 atm, obwohl er von der Raumtemperatur abhängig ist.

Die Menge an Katalysator variiert abhängig vom Molverhältnis des Alkylenoxids zum Fettsäurealkylester, die der Reaktion ausgesetzt werden, und es wird im allgemeinen bevorzugt den Katalysator in einer Menge von 0,1 bis 20 Gew.-%, bezogen auf die Menge an Fettsäurealkylester, zuzugeben.

Die Reaktion der vorliegenden Erfindung wird zum Beispiel nach dem folgenden Verfahren durchgeführt: ein Fettsäurealkylester und ein modifizierter Katalysator werden in eine Autoklaven gegeben. Nachdem entgast und dehydriert wurde, wird ein Alkylenoxid in den Autoklaven gebracht, und der Fettsäurealkylester wird mit dem Alkylenoxid bei vorherbestimmter Temperatur unter vorherbestimmten Druck-Bedingungen unter Stickstoffatmosphäre umgesetzt. Nach Beendigung der Reaktion wird die entstandene Lösung gekühlt und der Katalysator durch Filtration entfernt.

Alternativ dazu kann die Reaktion der vorliegenden Erfindung wie folgt durchgeführt werden: ein Fettsäurealkylester und ein Mischmetalloxid werden in einen Autoklaven gegeben. Nacheinander werden ein Metallhydroxid oder ein Metallalkoxid zur Veränderung eines Katalysators zugegeben und gut gemischt, und das Mischmetalloxid wird in Autoklaven verändert. Danach wird auf die gleiche Weise wie vorstehend entgast und dehydriert. Danach wird ein Alkylenoxid bei einer vorherbestimmten Temperatur unter vorherbestimmten Druck-Bedingungen in einer Stickstoff-Atmosphäre additionspolymerisiert. Nach Beendigung der Reaktion wird die entstandene Reaktionslösung abgekühlt und der Katalysator durch Filtration entfernt.

Wie vorstehend erklärt, ist es erfindungsgemäß aufgrund der Verwendung des modifizierten Katalysators, der durch Verändern der Oberfläche eines Mischmetalloxid-Katalysators mit einem Metallhydroxid oder einem Metallalkoxid erhalten wird, möglich einen Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäurealkylester mit einem Alkylenoxid in einer extrem kleinen Adduktverteilung begleitet von einer kleinen Menge an verbleibendem, nicht umgesetzten Fettsäurealkylester und einem Alkylenoxid zu erhalten.

Der Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester, der durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung erhalten wird, kann vorteilhafterweise als Grundstoffe für Haushalts-Reinigungsmittel und Kosmetika, und als Grundstoffe für Reinigungsmittel in der chemischen Industrie verwendet werden, weil Geruch, der von nicht abreagierten Fettsäurealkylestern herrührt, schwach ist und die Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester mit einer gewünschten durchschnittlichen Alkylenoxid-Adduktzahl in einer großen wirksamen Menge erhalten werden kann.

Nachstehend wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert.

Beispiel 1

Eine wäßrige Lösung, die durch Lösen von 30 g Aluminiumnitrat in 87 g Wasser erhalten wurde, wurde tropfenweise zu einer Dispersion, die durch Dispergieren von 70 g MgO in 525 g Wasser und 30 Minuten Altern erhalten wurde, gegeben, um einen Schlamm herzustellen. Zu diesem Schlamm wurden 263 ml eines stark basischen Ionenaustauscherharzes (Handelsname: SA-20A, von Mitsubishi Kasei Corp.) gegeben, nachdem es durch Vorbehandlung zu einem Harz von OH-Typ umgewandelt wurde. Ionenaustausch wurde durch Rühren des Gemisches 1 Stunde bei Raumtemperatur durchgeführt. Als Folge wurde NO_3^- aus dem Schlamm entfernt. Nach beendetem Ionenaustausch wurde das Ionenaustauscherharz durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 300 µm entfernt. Der entstandene Schlamm wurde sprühgetrocknet, eine Stunde bei 600°C gebrannt, was ein Mischmetalloxid-Pulver, nämlich ein Al-Ion-versetztes MgO ergab.

Das Mischmetalloxid-Pulver wurde getrocknet, während 670 g einer 0,15 Gew.-%igen methanolischen Lösung von NaOH dazu gesprüht wurden, und weiter 10 Stunden bei 100°C getrocknet wurde. Als Ergebnis wurde ein modifizierter Katalysator A erhalten. 12 g des so erhaltenen, modifizierten Katalysators A und 440 g Methyllaurat wurden in einen Autoklaven gegeben. Nachdem die Luft im Autoklaven durch Stickstoff ersetzt wurde, wurde das Gemisch im Autoklaven unter Rühren erhitzt. Während die Temperatur bei 180°C und ein Druck von 3 atm aufrecht erhalten wurde, wurde anschließend eine Reaktion mit Methyllaurat durch Einführen von 543 g Ethylenoxid in den Autoklaven durchgeführt. Nach Beendigung der Reaktion wurde die entstandene Lösung auf 70°C gekühlt und filtriert, um den Katalysator zu entfernen.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat in vorher erwähnter Art wird durch Kurve A in Fig. 1 gezeigt. Wie durch Kurve A in Fig. 1 gezeigt, hat das Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen hohen maximalen Spitzenwert mit einer Menge von 13,0 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-

Adduktverteilung ist niedrig. Die Menge an verbleibendem nicht umgesetzten Methyllaurat war mit 3,5 Gew.-% niedrig.

Beispiel 2

5 In einen Autoklaven wurden 22 g Mischmetalloxid-Katalysator, der auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 erhaltenen wurde, und 440 g Methyllaurat gegeben. Ferner wurde 1 g einer 28 Gew.-%igen methanolischen Lösung von Natriummethoxid zugegeben, und das Mischmetalloxid wurde im Autoklaven modifiziert.

10 Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion durch Einführen von 543 g Ethylenoxid in den Autoklaven durchgeführt.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve B in Fig. 2 gezeigt. Wie durch die Kurve B in Fig. 2 gezeigt, hat Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen hohen maximalen Spitzenwert von 12,9 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist niedrig. Die Menge an verbleibendem, nicht umgesetzten Methyllaurat ist mit 2,9 Gew.-% niedrig.

Kontrolle 1

20 In einem Autoklaven wurden 22 g Mischmetalloxid (noch nicht modifiziert), das auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 erhalten wurde, und 440 g Methyllaurat gegeben. Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion durch Einführen von 543 g Ethylenoxid durchgeführt.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve C in Fig. 2 gezeigt. Wie durch Kurve C in Fig. 2 gezeigt, hat das Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen niedrigen maximalen Spitzenwert von 7,2 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist breit. Die Menge an verbleibendem, nicht umgesetzten Methyllaurat war mit 8,5 Gew.-% hoch.

Beispiel 3

30 In einen Autoklaven wurden 440 g Methyllaurat, 11 g eines Mischmetalloxids, das durch 1 Stunde Brennen eines Hydrotalkits, dargestellt durch die chemische Formel: $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$, bei 500°C erhalten wurde, und 3,5 g einer 5 Gew.-%igen methanolischen Lösung von Natriumhydroxid gegeben. Das Mischmetalloxid wurde im Autoklaven modifiziert. Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion durch Einführen von 543 g Ethylenoxid durchgeführt. Eine katalytische Aktivität (Geschwindigkeit der Ethylenoxid-Addition pro Einheitsmenge Katalysator) war 1,0 g ED/g(Katalysator)/min.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve D in Fig. 3 gezeigt. Wie in Kurve D in Fig. 3 gezeigt, hat Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen hohen maximalen Spitzenwert von 13,9 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Die Menge an verbleibendem nicht reagierten Methyllaurat ist mit 1,8 Gew.-% niedrig.

Kontrolle 2

45 Unter Verwendung eines in Beispiel 3 verwendeten Katalysators, der ein Mischmetalloxid enthält, das noch nicht mit einer methanolischen Lösung von Natriumhydroxid modifiziert wurde, wurde die Reaktion zwischen Methyllaurat und Ethylenoxid auf die gleiche Weise wie in Beispiel 3 durchgeführt. Eine katalytische Aktivität (Geschwindigkeit der Ethylenoxid-Addition pro Einheitsmenge Katalysator) war 3,2 g EO/g (Katalysator)/min.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve E in Fig. 3 gezeigt. Wie durch Kurve E in Fig. 3 gezeigt, hat das Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen niedrigen maximalen Spitzenwert von 7,9 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist groß. Die Menge an verbleibendem, nicht umgesetzten Methyllaurat war mit 7,8 Gew.-% hoch.

Beispiel 4

55 In einen Autoklaven wurden 440 g Methyloleat, 11 g des Mischmetalloxids, das durch 1 Stunde Brennen eines Hydrotalkits, dargestellt durch die Formel: $Mg_{4,5}Al_2(OH)_{13}CO_3 \cdot 3,5H_2O$, bei 600°C erhalten wurde, und 1,7 g einer 10 Gew.-%igen ethanolischen Lösung von Magnesiummethoxid gegeben. Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion mit Methyloleat durch Einführen von 655 g Ethylenoxid durchgeführt.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Oleat hat einen hohen maximalen Spitzenwert von 12,1 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Die Menge an verbleibendem, nicht reagierten Methyloleat ist mit 1,2 Gew.-% niedrig.

Beispiel 5

65 Das gleiche Verfahren wie in Beispiel 1 wurde angewandt, um ein Mischmetalloxid-Pulver, nämlich Ga-Ion-versetztes MgO zu erhalten, außer daß 27 g Galliumnitrat statt Aluminiumnitrat (30 g) verwendet wurden. Zum

Mischmetalloxid-Pulver wurden 2,5 g einer 28 Gew.-%igen methanolischen Lösung von Natriummethoxid gegeben. Das Gemisch wurde getrocknet, um einen modifizierten Katalysator B zu erhalten.

23 g des so erhaltenen modifizierten Katalysators B und 469 g Ethyllaurat wurden in einen Autoklaven gegeben. Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion mit Ethyllaurat durch Einführen von 543 g Ethylenoxid durchgeführt.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat hat einen hohen maximalen Spitzenwert von 11,0 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Die Menge an verbleibendem, nicht reagierten Methyllaurat ist mit 4,7 Gew.-% niedrig.

Beispiel 6

In einen Autoklaven wurden 440 g Methyllaurat, 1,5 g des Mischmetalloxids, das durch 1 Stunde Brennen eines Aluminiummagnesiumhydroxids (Handelsname: KYOWORD 300CY, von Kyowa Kagaku Kogyo), dargestellt durch eine chemische Formel: $2,5\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ bei 500°C unter einem Stickstoffstrom erhalten wurde, und 0,6 g einer 10 Gew.-%igen methanolischen Lösung von Kaliumhydroxid gegeben. Das Mischmetalloxid wurde im Autoklaven modifiziert.

Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion mit Methyllaurat durch Einführen von 543 g Ethylenoxid durchgeführt. Eine katalytische Aktivität (Geschwindigkeit der Ethylenoxid-Addition pro Einheitsmenge Katalysator) war 3,2 g EO/g (Katalysator)/min.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve F in Fig. 4 gezeigt. Wie durch Kurve F in Fig. 4 gezeigt, hat Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen hohen maximalen Spitzenwert von 15,8 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Die Menge an verbleibendem, nicht reagierten Methyllaurat ist mit 1,7 Gew.-% niedrig.

Beispiel 7

Das gleiche Verfahren wie in Beispiel 6 wurde angewandt, um ein Mischmetalloxid zu modifizieren, außer daß 1,6 g einer 5 Gew.-%igen methanolischen Kaliumhydroxid-Lösung verwendet wurde.

Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion mit Methyllaurat durch Einführen von 543 g Ethylenoxid durchgeführt. Eine katalytische Aktivität (Geschwindigkeit der Ethylenoxid-Addition pro Einheitsmenge Katalysator) war 2,2 g EO/g (Katalysator)/min.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve H in Fig. 5 gezeigt. Wie durch Kurve H in Fig. 5 gezeigt, hat Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen hohen maximalen Spitzenwert von 18,0 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Die Menge an verbleibendem, nicht reagierten Methyllaurat ist mit 1,0 Gew.-% niedrig.

Kontrolle 3

Unter Verwendung eines Katalysators, bestehend aus einem in Beispiel 6 verwendeten Mischmetalloxid, das noch nicht mit der methanolischen Lösung von Kaliumhydroxid modifiziert wurde, wurde die Reaktion zwischen Methyllaurat und Ethylenoxid auf die gleiche Weise wie in Beispiel 6 durchgeführt. Eine katalytische Aktivität (Geschwindigkeit der Ethylenoxid-Addition pro Einheitsmenge Katalysator) war 10,0 g EO/g (Katalysator)/min.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve G in Fig. 4 gezeigt. Wie durch Kurve G in Fig. 4 gezeigt, hat das Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen niedrigen maximalen Spitzenwert von 8,9 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist groß. Die Menge an verbleibendem, nicht umgesetzten Methyllaurat war mit 7,3 Gew.-% hoch.

Beispiel 8

In einen Autoklaven wurden 240 g Methyllaurat, 1,5 g Mischmetalloxid, das durch 1 Stunde Brennen eines Aluminiummagnesiumhydroxids (Handelsname: KYOWORD 300CY, von Kyowa Kagaku Kogyo), dargestellt durch eine chemische Formel: $2,5\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ bei 600°C unter einem Stickstoff-Strom erhalten wurde, und 2,0 ml einer 0,5N ethanolischen Lösung von Kaliumhydroxid gegeben wurde. Das Mischmetalloxid wurde im Autoklaven modifiziert.

Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion mit Methyllaurat durch Einführen von 743 g Ethylenoxid durchgeführt.

Die Ethylenoxid-Adduktverteilung von Polyoxyethylenmethylether-Laurat wird durch Kurve I in Fig. 6 gezeigt. Wie durch Kurve I in Fig. 6 gezeigt, hat Polyoxyethylenmethylether-Laurat einen hohen maximalen Spitzenwert von 14,2 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Es verblieb kein unumgesetztes Methyllaurat.

Beispiel 9

In einen Autoklaven wurde 482 g Methyloleat, 1,6 g des Mischmetalloxids, das durch 1 Stunde Brennen eines

Aluminiummagnesiumhydroxids (Handelsname: KYOWORD 300CY, von Kyowa Kagaku Kogyo), dargestellt durch eine chemische Formel: $2,5\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, bei 500°C unter einem Stickstoff-Strom erhalten wurde, und 0,6 g einer 10 Gew.-%igen methanolischen Lösung von Kaliumhydroxid gegeben. Das Mischmetalloxid wurde im Autoklaven modifiziert.

- 5 Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion mit Methyloleat durch Einführen von 501 g Ethylenoxid durchgeführt. Das so erhaltene Polyoxyethylenmethylether-Oleat hat einen hohen maximalen Spitzenwert von 15,5 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Die Menge an verbleibendem, nicht umgesetztem Methyloleat ist mit 3,5 Gew.-% niedrig.

10

Beispiel 10

- 15 In einen Autoklaven wurden 440 g Methyllaurat, 11 g des Mischmetalloxids, das durch 1 Stunde Brennen eines Aluminiummagnesiumhydroxids (Handelsname: KYOWORD 300CY, von Kyowa Kagaku Kogyo), dargestellt durch eine chemische Formel: $\text{MgO}_{4,5}\text{Al}_2(\text{OH})_{13}\text{CO}_3 \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$, bei 500°C unter einem Stickstoff-Strom erhalten wurde, und 4,4 g einer 10 Gew.-%igen methanolischen Lösung von Kaliumhydroxid gegeben. Das Mischmetalloxid wurde im Autoklaven modifiziert.

- 20 Nachdem die Stickstoff-Spülung und die Erhöhung der Temperatur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt wurden, wurde die Reaktion mit Methyllaurat durch Einführen von 543 g Ethylenoxid durchgeführt.

Das so erhaltene Polyoxyethylenmethylether-Laurat hat einen hohen maximalen Spitzenwert von 13,0 Gew.-%. Mit anderen Worten, die Ethylenoxid-Adduktverteilung ist klein. Die Menge an verbleibendem, nicht umgesetztem Methyllaurat ist mit 2,8 Gew.-% niedrig.

25

Patentansprüche

- 30 1. Verfahren zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureester, dargestellt durch die folgende Formel (I), welches die Umsetzung eines Fettsäurealkylesters mit einem Alkylenoxid in Gegenwart eines Mischmetalloxid-Katalysators, dessen Oberfläche mit einem Metallhydroxid oder einem Metallalkoxid modifiziert ist, umfaßt:



- dadurch gekennzeichnet, daß R_1 und R_3 unabhängig voneinander einen Alkylrest oder einen Alkenylrest bedeuten, R_2 einen Alkylrest bedeutet und n eine positive Zahl ist.

- 40 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Mischmetalloxid-Katalysator vorher mit einem Metallhydroxid oder einem Metallalkoxid modifiziert ist, und danach dieser modifizierte Katalysator als Katalysator zur Verwendung in der Reaktion zwischen dem Fettsäurealkylester und dem Alkylenoxid verwendet wird.

- 45 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid durch Trocknen oder Brennen modifiziert ist, nachdem eine wäßrige oder alkoholische Lösung eines Metallhydroxids oder Metallalkoxids auf das Mischmetalloxid gesprüht wurde.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß ferner die Schritte der Zugabe des Mischmetalloxids und des Metallhydroxids oder des Metallalkoxids zum Fettsäurealkylester, deren Mischen, Modifizierung des Mischmetalloxid-Katalysators im Fettsäurealkylester und danach Umsetzung des Fettsäurealkylesters mit dem Alkylenoxid, eingeschlossen werden.

- 50 5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallhydroxid ein Hydroxid eines Alkali- oder Erdalkalimetalls ist.

6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallhydroxid Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid ist.

- 55 7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallalkoxid ein Alkoxid eines Alkali- oder Erdalkalimetalls ist.

8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallalkoxid Natriumalkoxid oder Kaliumalkoxid ist.

9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid ein Magnesiumoxid versetzt mit mindestens einem Metallion aus der Ionen-Gruppe Al, Ga, Zr, In, Tl, Co, Sc, La oder Mn, enthält.

- 60 10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid Al-Ion-versetztes Magnesiumoxid ist.

11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid ein gebranntes Hydrotalkit ist.

- 65 12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid ein gebranntes Aluminiummagnesiumhydroxid ist.

13. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Mischmetalloxid-Ka-

talysator in einer Menge von 0,1 bis 20 Gew.-%, bezogen auf den Fettsäurealkylester, verwendet wird.

14. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Fettsäurealkylester ein Alkylester einer gesättigten oder ungesättigten Fettsäure mit 3 bis 40 Kohlenstoffatomen ist.

15. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Fettsäurealkylester ein Alkylester einer gesättigten oder ungesättigten Fettsäure mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen ist.

16. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Fettsäurealkylester ein Ester ist, der aus einer gesättigten oder ungesättigten Fettsäure und einem Alkanol mit 1 bis 30 Kohlenstoffatomen besteht.

17. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Fettsäurealkylester ein Ester ist, der aus einer gesättigten oder ungesättigten Fettsäure und einem Alkanol mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen besteht.

18. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylenoxid ein Alkylenoxid mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen ist.

19. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylenoxid Ethylenoxid oder Propylenoxid ist.

20. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß eine Umsetzung bei einer Temperatur von 80 bis 230°C unter einem Druck von 20 atm oder weniger durchgeführt wird.

21. Mischmetalloxid-Katalysator, dessen Oberfläche mit einem Metallhydroxid oder einem Metallalkoxid modifiziert ist und der zur Herstellung eines Polyoxyalkylenalkylether-Fettsäureesters, dargestellt durch die folgende Formel (I), durch die Umsetzung zwischen einem Fettsäurealkylester und einem Alkylenoxid, verwendet wird



worin jeweils R_1 und R_3 unabhängig voneinander einen Alkylrest oder einen Alkylenylrest bedeuten, R_2 einen Alkylenrest bedeutet und n eine positive Zahl ist.

22. Mischmetalloxid-Katalysator nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid ein Magnesiumoxid mit mindestens einem Metallion aus der Ionengruppe Al, Ga, Zr, In, Tl, Co, Sc, La und Mn ist.

23. Mischmetalloxid-Katalysator gemäß einem der Ansprüche 21 oder 22, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid ein Al-Ion-versetztes Magnesiumoxid ist.

24. Mischmetalloxid-Katalysator nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid ein gebranntes Hydrotalkit ist.

25. Mischmetalloxid-Katalysator nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischmetalloxid ein gebranntes Aluminiummagnesiumhydroxid ist.

26. Mischmetalloxid-Katalysator nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallhydroxid ein Hydroxid eines Alkali- oder Erdalkalimetalls ist.

27. Mischmetalloxid-Katalysator nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallhydroxid Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid ist.

28. Mischmetalloxid-Katalysator nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallalkoxid ein Alkoxid eines Alkali- oder Erdalkalialkoxids ist.

29. Mischmetalloxid-Katalysator nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß das Metallalkoxid Natriumalkoxid oder Kaliumalkoxid ist.

30. Mischmetalloxid-Katalysator gemäß einem der Ansprüche 21 bis 29, dadurch gekennzeichnet, daß der Mischmetalloxid-Katalysator durch Trocknen oder Brennen modifiziert wird, nachdem eine wäßrige oder alkoholische Lösung eines Metallhydroxid oder eines Metallalkoxids auf das Mischmetalloxid gesprüht wurde.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

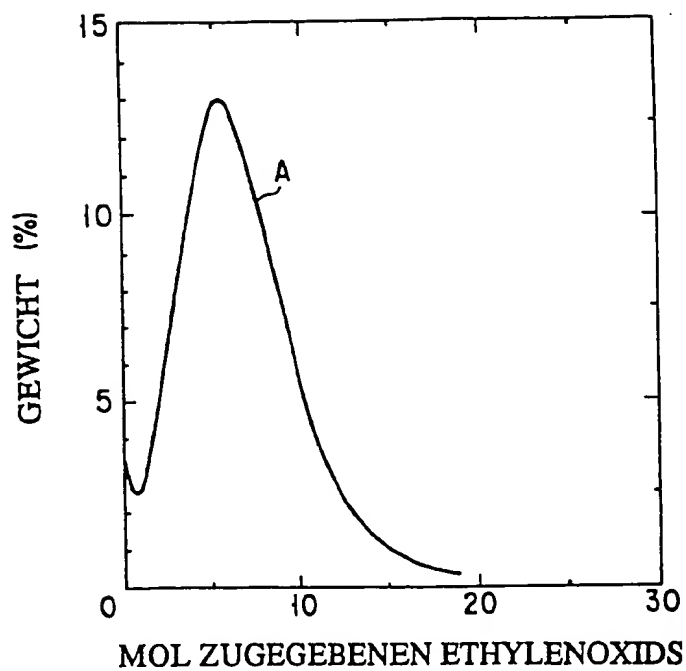


FIG. 1

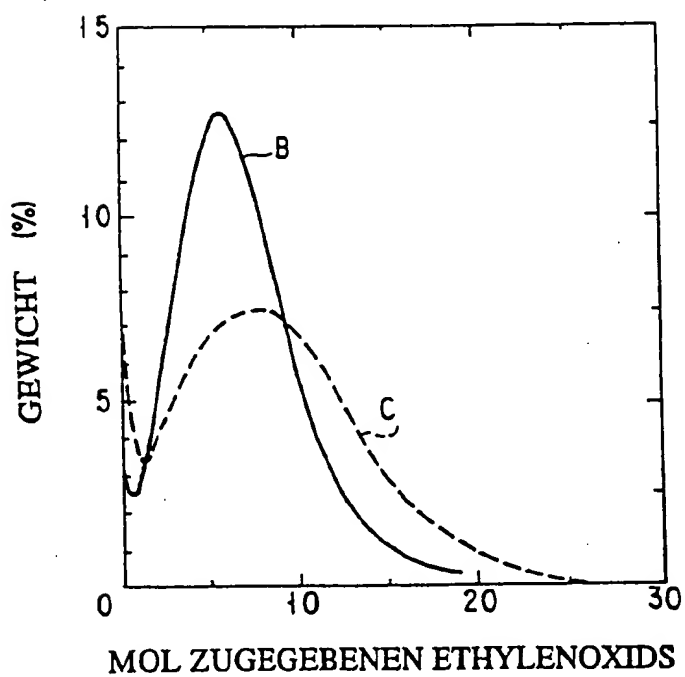


FIG. 2

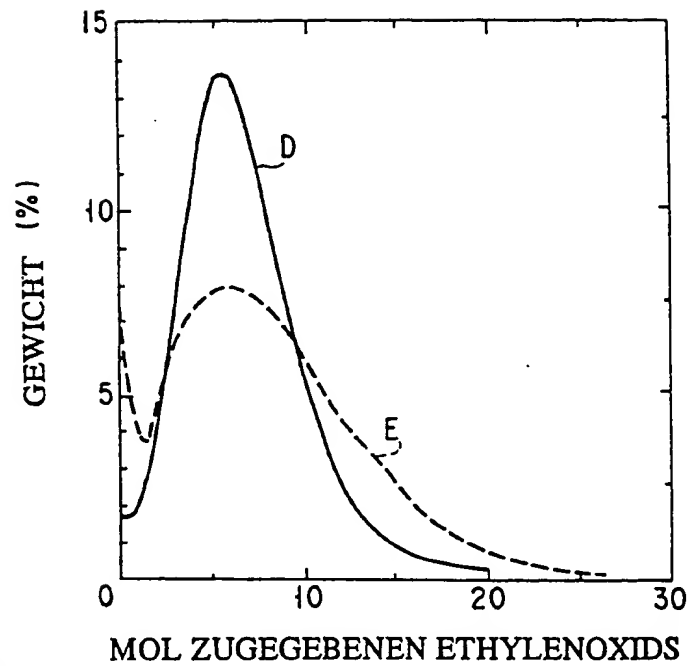


FIG. 3

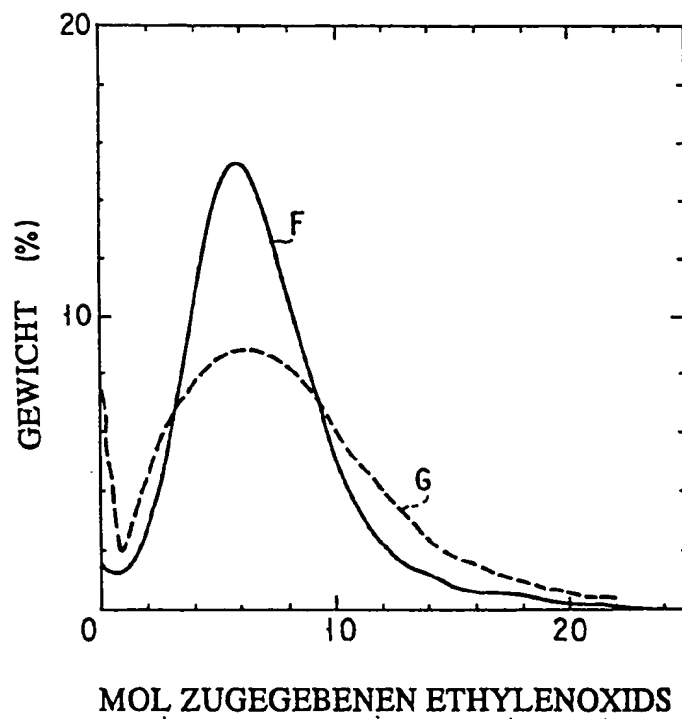


FIG. 4

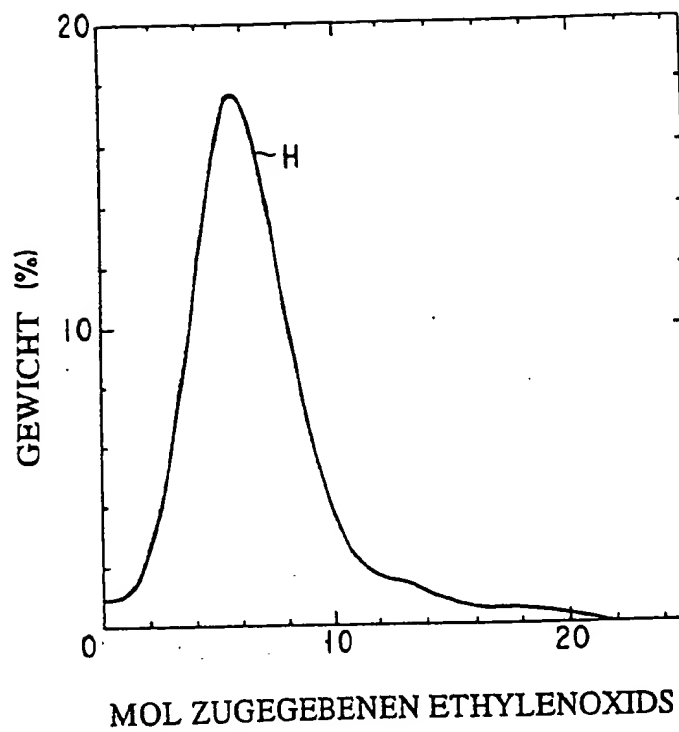


FIG. 5

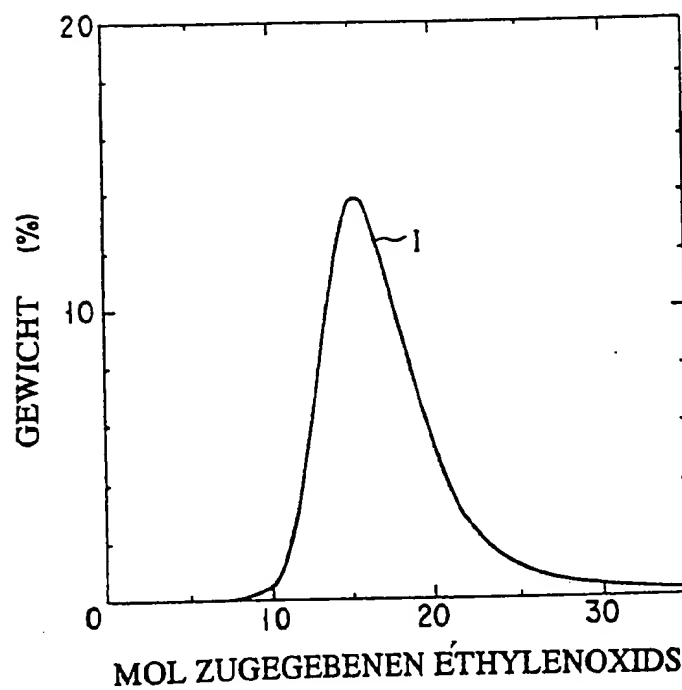


FIG. 6

THIS PAGE BLANK (USPTO)